

## RECUPERAÇÃO DE PLATINA DE RESÍDUOS CONTENDO TRIFENILFOSFINA, TRIFENILARSINA E TRIFENILESTIBINA

Roberto Santos BARBIÉRI\*  
Julio Cesar ROCHA\*  
Antonio Carlos MASSABNI\*\*  
Carlos Roberto BELATTO\*\*\*

**RESUMO:** O presente artigo descreve um método para recuperação de platina, através de digestão por via seca de matriz contendo várias impurezas, incluindo-se trifenilfosfina, trifenilarsina e trifenilestibina. Após mineralização com uma mistura de ácidos nítrico/clorídrico, a platina é precipitada com cloreto de amônio na forma de hexacloroplatinato de amônio. Resultados de análise gravimétrica mostram que o produto obtido é puro.

**UNTERMOS:** Recuperação de platina; recuperação de metais preciosos; hexacloroplatinato de amônio; digestão via seca.

## INTRODUÇÃO

As amplas aplicações da platina em catálise, na fabricação de cadinhos e eletrodos para uso em laboratório, em dentística e medicina, em ligas metálicas e joalheria, por exemplo, aliadas à sua baixa ocorrência na crosta terrestre e ao seu grande valor intrínseco, tornam necessária, sempre que possível, a sua reciclagem. A literatura relativa

\* Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - UNESP - 14800 - Araraquara - SP.

\*\* Departamento de Química Geral e Inorgânica - Instituto de Química - UNESP - 14800 - Araraquara - SP.

\*\*\* Aluno de Iniciação Científica - Bolsista da FAPESP - Instituto de Química - UNESP - 14800 - Araraquara - SP.

à recuperação de platina frequentemente faz referência a processos envolvendo a separação deste metal dos outros de seu grupo (Ru, Rh, Pd, Os e Ir) em ligas diversas, amostras de exploração geoquímica e resíduos eletrolíticos, dentre outros<sup>1</sup>.

O presente artigo descreve a recuperação de platina em resíduos contendo trifenilfosfina, trifenilarisina e trifenilrestibina. O método envolve a digestão da amostra por via seca, seguida de ataque ácido e precipitação do metal na forma de hexacloroplatinato de amônio.

## PARTE EXPERIMENTAL

### a. Amostra

A amostra consiste de resíduos de reações de síntese de complexos de platina dos tipos  $[PtX_2L_2]$  (I) e  $[PtL_n]$  (II) ( $X = Cl^-$ ,  $Br^-$ ;  $L = PPh_3$ ,  $AsPPh_3$ ,  $SbPPh_3$ ;  $n = 2, 3, 4$ )<sup>2,3</sup>. A preparação de tais complexos requer a presença de excesso de ligante e, no caso de II, também o emprego de  $NaBH_4$ , como agente redutor. Aos resíduos são juntados os materiais provenientes dos estudos de reatividade desses complexos.

### b. Reagentes

Ácidos clorídrico/nítrico concentrados e solução saturada de cloreto de amônio.

### c. Material

Mufla Thermolyne modelo F-B1315M 25–1000°C e aquecedor Prodiciil modelo 01.

### Procedimento

Pulveriza-se a amostra, coloca-se em cápsula de porcelana e digere-se em mufla à temperatura de 1000 °C. O aquecimento deve ser lento e gradativo, com a mufla mantida em capela de boa exaustão. Nesta fase, despreendem-se gases extremamente tóxicos contendo derivados de fósforo, arsênio e antimônio. Terminada a digestão, transfere-se o material para béquero de forma alta com auxílio de uma mistura de ácidos nítrico e clorídrico concentrados (água-régia). Aquece-se à ebulição com reposição de ácido clorídrico até cessar o desprendimento de vapores de  $NO_2$  e solubilizar parte do material.

Diminui-se o aquecimento e leva-se à secura para destruir compostos de platina eventualmente formados durante a digestão<sup>4</sup>. Adiciona-se ácido clorídrico concentrado (a quente) e filtra-se em funil com placa de vidro sinterizado de porosidade 4. O filtrado contém ácido hexacloroplatinico. Com o material ainda não solubilizado, repete-se o ataque com água-régia, secura, adição de ácido clorídrico e filtração até o filtrado não mais apresentar coloração amarela, típica do ácido hexacloroplatinico. Se necessário, concentra-se a combinação de filtrados através de aquecimento em banho-maria. Adiciona-se lentamente, e sob agitação constante, solução saturada de cloreto de amônio para precipitar o hexacloroplatinato de amônio  $(NH_4)_2[PtCl_6]$ , de coloração amarelo-ocre. A precipitação deve ser feita em meio de ácido clorídrico para evitar a precipitação simultânea de cloretos de antimônio<sup>5,6</sup>. Deixa-se em repouso durante uma noite, filtra-se em funil com placa de vidro sinterizado e lava-se o precipitado com etanol anidro. O produto obtido foi analisado gravimetricamente através de calcinação lenta até 600°C, em cápsula de platina<sup>7</sup>, utilizando-se massa de cerca de 0,1 g (em triplicata).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Tentativas preliminares mostraram que o ataque da amostra descrita por via úmida (ataque por ácidos sulfúrico, nítrico e perclórico concentrados e peróxido de hidrogênio 120 volumes) é desaconselhável tendo em vista o longo tempo de digestão e o alto consumo de reagentes e de energia elétrica. Assim, devido às características da matriz utilizada optou-se pela digestão por via seca, pois além de se processar em menos tempo, com menor custo, possibilita a eliminação de fósforo, arsênio e antimônio na forma de compostos voláteis.

O teor médio de platina encontrado na determinação gravimétrica caracteriza uma pureza de 100% para o  $(NH_4)_2[PtCl_6]$  obtido. Além disso, a viabilidade da sua utilização na síntese de compostos do tipo I e II foi verificada na preparação de  $[PtCl_2(PPh_3)_2]$  e  $[Pt(PPh_3)_4]$ . Comparações de pontos de fusão e espectros de infravermelho destes compostos com aqueles preparados a partir de reagentes disponíveis no mercado (ácido hexacloroplatinico e seu sal de sódio) não apresentaram diferenças.

A reciclagem de platina, nesse tipo de amostra, tem contribuído para diminuir o custo e viabilizar a continuidade do projeto de síntese, caracterização, reatividade e aplicação em catálise de complexos de platina com fosfinas, arsinas e estibinas ora em desenvolvimento pelos autores, no Instituto de Química da UNESP.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq, FAPESP, COPENE S.A. pelo suporte financeiro. Ao Sr. Ademir dos Santos, funcionário do IQ-UNESP, pela contribuição na parte experimental.

BARBIÉRI, R. S. *et alii* - Platinum recuperation from residues containing triphenylphosphine, triphenylarsine and triphenylstibine. *Ecl. Quím.*, São Paulo, **13**: 37-40, 1988.

**ABSTRACT:** *The present paper describes a method for platinum recuperation via dry ashing of a matrix which contains several impurities including triphenylphosphine, triphenylarsine and triphenylstibine. After mineralization with a mixture of nitric/hydrochloric acids, platinum is precipitated with ammonium chloride as ammonium hexachloroplatinate. Gravimetric analysis results show that the product is pure.*

**KEY-WORDS:** *Platinum recuperation; precious metal recuperation; ammonium hexachloroplatinate; dry ashing.*

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. KALLMANN, S. - *Talanta*, **34**, 677 (1987).
2. HARTLEY, F. R. - *Organometal. Chem. Rev. A*, **6**, 119 (1970).
3. BARBIÉRI, R. S.; KLEIN, S. I. & MASSABNI, A. C. - *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 1617 (1987).
4. REMY, H. - *Treatise on Inorganic Chemistry*, Elsevier Publishing Co., Amsterdam, 1956, p. 342.
5. RIESENFELD, E. H. - *Tratado de Química Inorgánica*, Librería Hachette S.A., Buenos Aires, 1948, p. 354.
6. WEAST, R. C. ed. - *CRC Handbook of chemistry and physics: a ready-reference book of chemical and physical data*, 62<sup>nd</sup> ed., CRC Press, Inc., Boca Raton, 1982, p. B-79.
7. HASS, P. In: BRAUER, G. - *Química Inorgánica Preparativa*. Editorial Reverté, S.A., Barcelona, 1958, p. 939.

Recebido em 06/06/88